

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-104972

(43)Date of publication of application : 22.04.1997

(51)Int.Cl.

C23C 14/34  
H01L 21/285

(21)Application number : 07-284618

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 05.10.1995

(72)Inventor : HIRAKI AKITOSHI  
MURATA HIDEO  
TANIGUCHI SHIGERU

## (54) TITANIUM TARGET FOR SPUTTERING AND ITS PRODUCTION

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a Ti target material capable of making sputtered particles uniform in directional property, facilitating the formation of a film along a narrow deep contact hole and capable of suppressing the occurrence of particles.

SOLUTION: This Ti target has a Vickers hardness of 110-130, preferably 115-125 and a recrystallized structure. It is obtd. by cold-working Ti at a temp. below the recrystallization temp., carrying out heating for recrystallization and regulating the hardness so as to attain a Vickers hardness of 110-130.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-104972

(43) 公開日 平成9年(1997)4月22日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34			C 2 3 C 14/34	A
H 0 1 L 21/285			H 0 1 L 21/285	S

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全5頁)

(21) 出願番号 特願平7-284618

(22) 出願日 平成7年(1995)10月5日

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72) 発明者 平木 明敏

島根県安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社冶金研究所内

(72) 発明者 村田 英夫

島根県安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社冶金研究所内

(72) 発明者 谷口 繁

島根県安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社安来工場内

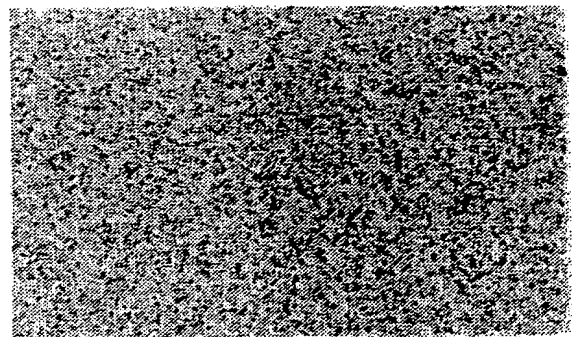
(74) 代理人 弁理士 大場 充

(54) 【発明の名称】 スパッタリング用チタンターゲットおよびその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 スパッタ粒子の方向性を揃えることができ、狭く深いコンタクトホールへの膜形成が容易であり、しかもパーティクルの発生も低減できるチタンターゲット材およびその製造方法を提供する

【解決手段】 本発明は、ピッカース硬度が $110 \leq HV \leq 130$ 、好ましくは、 $115 \leq HV \leq 125$ の範囲内にあり、かつ再結晶組織を有するスパッタリング用チタンターゲットである。このターゲットは、再結晶温度以下の冷間加工を加えた後、再結晶化の加熱処理を行い、ピッカース硬度が $110 \leq HV \leq 130$ の範囲になるように硬さを調整することにより得ることができる。



(×100)

100 μm

図面代用写真

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ビッカース硬度が $110 \leq HV \leq 130$ の範囲内にあり、かつ再結晶組織を有することを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット。

【請求項2】 平均結晶粒径が $20 \mu m$ 以下であることを特徴とする請求項1に記載のスパッタリング用チタンターゲット。

【請求項3】 再結晶温度以下の冷間加工を加えた後、再結晶化の加熱処理を行い、ビッカース硬度が $110 \leq HV \leq 130$ の範囲になるように硬さを調整することを特徴とするスパッタリング用チタンターゲットの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、スパッタリングによりチタンを含む膜を形成する際に用いるスパッタリング用チタンターゲットおよびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、LSIの高集積化、高機能化、高信頼度化により、微細配線技術の要求精度も益々厳しくなっている。これに伴い、微細配線の電氣的接合を行うコンタクトホールは狭くなり、その下に形成されるP型あるいはN型のドーブ層は、より浅く狭い領域に形成されるようになってきている。上述したLSIのドーブ層が浅い場合、配線として使用されるアルミニウム等をシリコン基板上に直接形成すると、これらが相互拡散反応を起こし、アルミニウム等がドーブ層を容易に突き破り、半導体の接合構造を破壊するという問題が起こる。このような相互拡散反応を防止するため、配線とシリコン基板との間にモリブデン-シリコン、タングステン-シリコン、タングステン-チタンといった高融点材料からなる拡散防止層（バリアメタル層とも言う）を形成することが行われている。

【0003】近年、この拡散防止層として特に窒化チタン化合物層が拡散防止性に優れているとされ、実用化に向けて窒化チタン化合物層とシリコン基板とのコンタクト抵抗を下げる研究が進められているところである。たとえば、シリコン基板と窒化チタン化合物層のコンタクト抵抗を下げる一つ的手段として、月刊 Semiconductor World 1992.12,p196-p205あるいは月刊 Semiconductor World 1989.12,p189-p192に示されるように、窒化チタン化合物層とシリコン基板との間にコンタクト抵抗の低いチタンシリサイド層を形成することが有効であることがわかってきた。

【0004】チタンシリサイド層の形成は、(1)上述した文献にも示されるようにチタンのターゲットをスパッタリングして純チタン薄膜をシリコン基板上に形成した後、窒素あるいはアンモニアガス雰囲気中で加熱処理することによって、純チタン薄膜の表層を窒化し窒化チタ

ン化合物層を形成するとともに、純チタン薄膜とシリコン基板を反応させチタンシリサイドを形成させるか、あるいは(2)チタンのターゲットをスパッタリングして極薄の純チタン薄膜を形成した後、加熱処理してチタンシリサイド膜とし、その後チタンシリサイド膜上に、チタンのターゲットを用いて、スパッタリングガス中に窒素導入した反応性スパッタリングにより化学量論組成の窒化チタン薄膜を形成する方法がとられている。

【0005】上述したように、高集積化されたLSIに用いられる窒化チタン、チタンシリサイドなどの膜を得る過程において、チタンターゲットを使用するが多い。チタンターゲットは、高集積化されたLSIに用いられる窒化チタン、チタンシリサイドなどの膜を、スパッタリングにより形成するために用いられるものがある。チタンターゲットにおいては、様々な改良が提案されている。たとえば、特公平4-75301号に記載されるように、酸素量を低減し、薄膜の電気抵抗を下げることで、高純度化により、微量放射性元素の影響を排除することが行われている。

【0006】また、特開平5-214521号に記載されるように、チタン膜の成膜速度を向上させるために、チタンターゲットの優先方位を(0002)に配向させることが提案されている。また、特開平6-10107号あるいは特開平6-280009号においては、チタンのターゲットからのパーティクルの発生を抑えるために、スパッタリングにより形成したチタン膜の膜厚分布を均一化するために、冷間加工とその後の熱処理を制御して微細な再結晶組織を得ることにより、一般にパーティクルと呼ばれる異物の付着を防止する手法が提案されている。

## 【0007】

【課題を解決するための課題】半導体集積回路であるLSIの高集積化に伴い、コンタクトホールは狭く、浅くなる傾向にあり、スパッタリングによりコンタクトホールの底に均一に膜を形成することが難しくなりつつある。すなわち、スパッタリングにおいて、ターゲット表面より、Arイオン等によりたたき出されるスパッタ粒子が、膜を形成すべき基板に対して、垂直に入射する粒子だけであれば、コンタクトホール底面に到達できるため問題はない。しかし、現実には、スパッタリングによってターゲットからたたき出されるスパッタ粒子の方向には、分布が存在する。これはコンタクトホールに対して、斜めにスパッタ粒子が入射する場合があることを意味するものであり、斜めに入射する粒子が多いと、形成すべきコンタクトホール底面ではなく、コンタクトホール側面にも膜が多く形成されるために、コンタクトホールの開口部が狭くなり、コンタクトホール底面に均一に膜を形成することが困難となる。

【0008】このような問題に対して、従来は、Electronic Journal (1994.10月号、P32)に記載されるよう

に、スパッタ粒子が基板に対して垂直に入射するものだけを成膜するように、(1) コリメータと呼ばれる仕切板をターゲットと基板間に挿入する方法がある。しかし、この方法では、スパッタ粒子のほとんどがこのコリメータに付着し、膜形成速度が著しく低下し、生産性が低下するとともに、コリメータに付着したチタン膜がはがれて基板に付着し、電氣的断線、短絡を引き起こし、生産歩留まりを低下させる恐れがあり、好ましい方法ではない。(2) また、ターゲットと基板間隔を広げ、基板に到達するスパッタ粒子が、できるだけ基板に対して垂直であるものだけが基板に到達するようにする方法もあるが、この方法でも膜形成速度(成膜速度)が著しく低下し、生産性が低下するとともに、スパッタを行う真空層(チャンバー)が大きくなり装置自体が大型化し高価になるという問題点ある。

【0009】また、上述したようにコンタクトホールは狭く、浅くなる傾向にあり、異物の発生、すなわちパーティクルの発生は、コンタクトホールの重大な欠陥となる。パーティクルの発生を低減するために微細な再結晶粒を有する組織とすれば良いことは、上述した特開平6-10107号あるいは特開平6-280009号に記載されているが、微細な再結晶組織とするだけではなお十分ではなく、さらなるパーティクルの低減が求められている。本発明の目的は、スパッタ粒子の方向性を揃えることができ狭く深いコンタクトホールへの膜形成が容易であり、しかもパーティクルの発生をも低減できるチタンターゲット材およびその製造方法を提供することである。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、チタンターゲットの材料特性とスパッタ粒子の方向性およびパーティクル発生との関係について鋭意検討したところ、チタンターゲットの硬さをある範囲内に設定すると著しくスパッタ粒子の直進性を高め、かつパーティクル発生を抑制に効果的であることを見出した。すなわち、本発明は、ビッカース硬度が $110 \leq \text{HV} \leq 130$ の範囲内にあり、かつ再結晶組織を有するスパッタリング用チタンターゲットである。好ましくは、 $115 \leq \text{HV} \leq 125$ の硬度範囲がよりスパッタ粒子の直進性を高めることができる。

【0011】上述した本発明のチタンターゲットは、再結晶温度以下の冷間加工を加えた後、再結晶化の加熱処理を行い、ビッカース硬度が $110 \leq \text{HV} \leq 130$ の範囲に硬さを調整することによって得ることができる。また、さらにパーティクルの発生を抑制するには、平均結晶粒径を $20 \mu\text{m}$ 以下とする。

#### 【0012】

【発明の実施の形態】上述したように、本発明の特徴の一つはチタンターゲットのビッカース硬さを $110 \leq \text{HV} \leq 130$ という所定の範囲にしたことにある。そして

もう一つの特徴は、再結晶組織であるということである。このように、特定の硬さとすることによって、スパッタ粒子の直進性が増し、かつパーティクルの発生を少ないものとすることができる理由は、明確ではないが次のように考えられる。

【0013】冷間加工により得られたチタン素材を加熱処理すると、加工方向に異方性を持つ繊維状組織から、組織的に結晶粒の揃った異方性のない再結晶組織が生まれる。さらに加熱を続けると歪みがさらに解放されて硬さの低いチタンとなる。ここで、加熱処理を再結晶組織とした後に硬さが大きく低下しない状態で、終了すると、組織的な異方性はないが、冷間加工によって加えられた歪みが残留したものとなる。このようなチタン素材をターゲットとすると、組織的な異方性がなく、パーティクルの発生が抑制できる。さらにスパッタリング時に歪みが同時に解放され、この影響でスパッタ粒子の直進性が増したものと考えられる。すなわち、再結晶時に解放させる歪みを、完全に解放するのではなく、ある程度残留させ、硬さの高い状態にしておくと、スパッタ粒子の直進性が高められるとの結論に達したのである。

【0014】上述した本発明のターゲットを具体的に得るためには、冷間加工率を高めたり、加工温度を下げて歪みを多く与えたり、再結晶のための加熱処理温度を低温に設定するなどにより、再結晶組織であって、かつ硬さの高いターゲットを得ることができる。本発明のチタンターゲットとしては、ビッカース硬度が $110$ 未満になると、スパッタ粒子の直進性の改善が顕著でなくなるため、ビッカース硬度は $110$ 以上が望ましい。一方、チタンターゲットのビッカース硬度が $130$ を越えると材料中の歪が多すぎ、パーティクルの発生が多発し好ましくない。

【0015】さらに発明者等は、上述した硬さ規定に加え、ターゲット材の結晶粒径を微細にするとさらにパーティクルの発生を抑制することができる。具体的には、平均結晶粒径は $20 \mu\text{m}$ 以下であることが望ましく、特に $10 \mu\text{m}$ 以下になると著しくスパッタ粒子の直進性を高め、パーティクル発生を著しく低減する。

#### 【0016】

【実施例】5N(99.999%純度)グレードのチタンインゴットを熱間鍛造後、表1に示す種々の条件で圧延および加熱処理を実施し、数種類のチタンターゲットを製造した。得られたターゲットのビッカース硬度および平均結晶粒径と各ターゲットを用いて成膜した時のパーティクル数およびボトムカバレッジ率を表1にまとめた。なお、パーティクル数は6インチウェハー中の $0.3 \mu\text{m}$ 以上の個数で表し、ボトムカバレッジ率はホール径 $0.5 \mu\text{m}$ でアスペクト比 $1.5$ のコンタクトホールに成膜した際のトップ膜厚とボトム膜厚より算出した。ボトムカバレッジ率の値が高いということは、コンタクトホールの底部により多くのスパッタ粒子が到達したこ

とを示すものであり、スパッタ粒子の直進性が高いことを示す指標となる。なお、上述した成膜は、到達真空度  $5 \times 10^{-5}$  マイナス5乗Pa、アルゴン圧力0.3Pa、供給電力（ターゲット単位表面当たり）15W/cm<sup>2</sup>、基板温度200℃の条件にて行った。図1には本 \*

\*発明のターゲットの典型的なマイクロ組織写真を示す図である。

【0017】

【表1】

No.	圧延温度 ℃	圧延率 %	再結晶化 加熱温度(℃)	硬さ Hv	平均結晶 粒径(μm)	パーティクル 数(個)	ボトムカバレッジ (%)	備考
1	200	50	470	111	10	24	20	本発明例
2	200	50	550	108	16	36	16	比較例
3	200	50	650	95	32	66	14	比較例
4	室温	50	650	98	31	64	15	比較例
5	200	76	400	125	12	10	24	本発明例
6	200	76	450	120	14	8	25	本発明例
7	200	76	470	116	17	8	24	本発明例
8	室温	76	450	124	8	10	26	本発明例
9	室温	76	470	118	10	12	26	本発明例
10	室温	76	550	107	26	31	17	比較例
11	室温	76	300	138	未再結晶	104	2	比較例

【0018】表1に示すように、ビッカース硬度が  $110 \leq HV \leq 130$  の範囲内にあり、かつ再結晶組織を有する本発明のスパッタリング用チタンターゲットは、硬さの低い比較例の試料No. 2ないし4のターゲットに比べてボトムカバレッジの著しい増加があり、スパッタリングにおけるスパッタ粒子の直進性が大きく改善できたことがわかる。また、比較例の試料No. 2は、本発明の試料No. 6とほぼ同じ結晶粒を有するものであるが、硬さが低く、ボトムカバレッジが低いものとなった。これは、試料No. 2が、本発明の試料No. 6と比べて、圧延率が低く、再結晶のための温度も高いため、冷間圧延で付与された歪みが殆ど解放されてしまい、ボトムカバレッジを改善することができなかったものと考えられる。

【0019】また、比較例の試料No. 10は本発明の試料No. 9よりもさらに再結晶化加熱温度を高めて550℃としたものであるが、平均結晶粒径が大きくなるとともに硬さが低下し、パーティクル数が増加し、およ

びボトムカバレッジも以下して好ましくないものであった。また、再結晶化加熱温度が300℃と低温に設定した比較例No. 11は、再結晶化が完了せず、パーティクルの発生が著しく多くなり、またボトムカバレッジも著しく低くなり、好ましくないことがわかる。

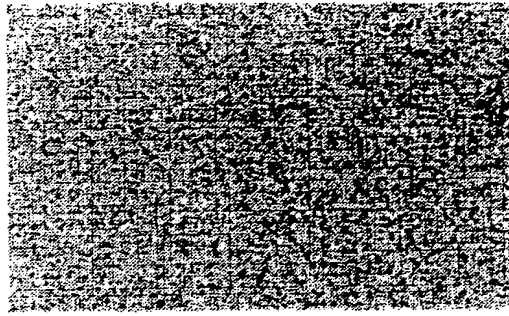
【0020】

【発明の効果】本発明のターゲットによれば、スパッタリングによるチタン膜の形成において、狭く深いコンタクトホールへの膜形成が容易であり、良好なボトムカバレッジを得ることができる。さらに、スパッタリング時のパーティクルの発生も低いものとすることができる。したがって、近年の極めて精密な構造を有する半導体部品に対応し、その一部を構成する薄膜を得るための有効なターゲットを提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のターゲットの金属マイクロ組織の一例を示す写真である。

【図1】



( $\times 100$ )

100  $\mu$ m

写真用代用図面

BEST AVAILABLE COPY